

6/26/2006

①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①② Offenlegungsschrift
①① DE 34 15 172 A 1

②① Aktenzeichen: P 34 15 172.9
②② Anmeldetag: 21. 4. 84
②③ Offenlegungstag: 31. 10. 84

⑤① Int. Cl. 3:
H 01 J 61/30
H 01 J 9/24
C 04 B 35/40

DE 34 15 172 A 1

③⑩ Unionspriorität: ③② ③③ ③①
29.04.83 NL 8301514

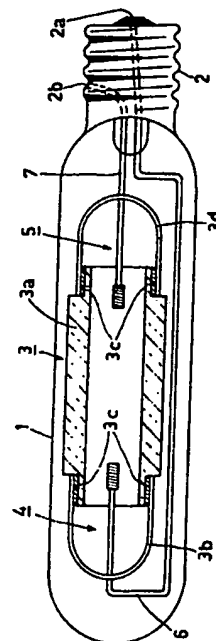
⑦① Anmelder:
N.V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, NL

⑦④ Vertreter:
Auer, H., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 2000 Hamburg

⑦② Erfinder:
With, Gijsbertus de; Dijk, Hendrikus Josephus
Antonius van, Eindhoven, NL

⑤④ Hochdruckentladungslampe mit einem Entladungsgefäß aus lichtdurchlässiger Keramik

Die Erfindung bezieht sich auf eine Hochdruckentladungslampe mit einem Entladungsgefäß (3) mit einer Wand aus lichtdurchlässiger Keramik, die im wesentlichen aus dichtgesintertem polykristallinem Yttriumaluminiumgranat besteht. Erfindungsgemäß enthält das Material der Wand des Entladungsgefäßes (3) zumindest einen der Stoffe MgO und SiO₂ in einer Gesamtmenge von höchstens 50 Gew.-ppm., wobei der absolute Wert des Unterschieds in Gew.-ppm. SiO₂ und MgO mindestens 50 beträgt, und ein Überschuß an MgO höchstens 1000 Gew.-ppm. beträgt. Es zeigt sich, daß das Material ohne Außendruck sinterbar ist, wobei eine Lampe nach der Erfindung mit einem Entladungsgefäß (3) mit guter Lichtdurchlässigkeit und guter Beständigkeit gegen Angriffe durch Füllungsbestandteile erhaltbar ist.



21.04.84

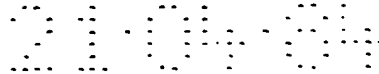
3415172

PHN 10 660

5.4.1984

PATENTANSPRÜCHE

1. Hochdruckentladungslampe mit einem Entladungsgefäß, in dem eine ionisierbare Füllung und zwei Hauptelektroden vorgesehen sind, zwischen denen sich eine Entladungsbahn erstreckt, welches Entladungsgefäß eine Wand aus lichtdurchlässiger Keramik enthält, die im wesentlichen aus dichtgesintertem polykristallinem Yttriumaluminiumgranat besteht, dadurch gekennzeichnet, dass das Material zumindest einen der Stoffe MgO und SiO_2 in einer Gesamtmenge von zumindest 50 Gew.ppm. enthält, wobei der absolute Wert des Unterschieds in Gew.ppm. SiO_2 und Gew.ppm. MgO zumindest 50 beträgt, und ein Überschuss an MgO höchstens 1000 Gew.ppm. beträgt.
2. Lampe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Keramik der Entladungsgefäßswand eine Menge von 500 bis 1500 Gew.ppm. SiO_2 enthält.
3. Lampe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Keramik der Entladungsgefäßswand eine Menge von 100 bis 500 Gew.ppm. MgO enthält.
4. Verfahren zum Herstellen einer Hochdruckentladungslampe mit einem Entladungsgefäß, in dem eine ionisierbare Füllung und zwei Hauptelektroden vorgesehen sind, zwischen denen sich eine Entladungsbahn erstreckt, welches Entladungsgefäß eine Wand aus lichtdurchlässiger Keramik nach Anspruch 1, 2 oder 3 enthält, dadurch gekennzeichnet, dass eine Pulvermischung hauptsächlich aus $Y_2(SO_4)_3$ und $Al_2(SO_4)_3$ durch Sprühtrocknen einer wässrigen Lösung der genannten Sulfate hergestellt wird, dass die Pulvermischung in einer oxydierenden Atmosphäre auf einer Temperatur von 1150 bis 1400°C erhitzt wird, wobei vor dem Sprühtrocknen oder nach der Erhitzung der Pulvermischung eine Si-Verbindung und/oder Mg-Verbindung zugegeben wird, dass das so gewonnene Granatpulver vorzugsweise nach Entagglomeration anschließend zu einem gewünschten Formstück gebracht



3415172

PHN 10 660

✓3

5.4.1984

"Hochdruckentladungslampe mit einem Entladungsgefäß aus lichtdurchlässiger Keramik"

Die Erfindung betrifft eine Hochdruckentladungslampe mit einem Entladungsgefäß, in dem eine ionisierbare Füllung und zwei Hauptelektroden vorgesehen sind, zwischen denen sich eine Entladungsbahn erstreckt, welches Ent-

5 ladungsgefäß eine Wand aus lichtdurchlässiger Keramik enthält, die aus dichtgesintertem polykristallinem Yttrium-Aluminium-Granat besteht, und auf ein Verfahren zum Herstellen einer Hochdruckentladungslampe mit einem Entladungsgefäß mit einer Wand aus einem derartigen Werkstoff.

10 Aus der US-PS 3 767 745 ist eine Hochdruckentladungslampe mit einem Entladungsgefäß mit einer Wand aus lichtdurchlässigem dichtgesintertem polykristallinem Yttrium-Aluminium-Granat bekannt. Bei der bekannten Lampe ist der Werkstoff der Wand des Entladungsgefäßes durch Heiss-

15 pressen erhalten. Bei diesem Verfahren wird das Ausgangsmaterial auf hoher Temperatur und unter hohem Druck gesintert. Ein Nachteil des benutzten Verfahrens besteht darin, dass es komplizierte Geräte erfordert. Ein besonders grosser Nachteil ist, dass es sich nur möglich zeigt, mit

20 dem bekannten Verfahren rohrförmige Körper zu erhalten, wie z.B. Entladungsgefässe, deren Dichte wesentlich kleiner als 100% in bezug auf die theoretische Dichte ist. Die Lichtdurchlässigkeit wird weitgehend durch die Dichte bestimmt und ist bei 100% Dichte optimal. Dichte unter 98%

25 führen in der Praxis zu einer derartig niedrigen Lichtdurchlässigkeit, dass nahezu die Verwendung als Entladungsgefässwandmaterial ausgeschlossen ist.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Entladungslampe mit einem Entladungsgefäß aus einer licht-

30 durchlässigen Keramik zu schaffen, das die Nachteile der bekannten Lampe nicht besitzt.

Diese Aufgabe wird mit der Lampe eingangs erwähnter Art erfindungsgemäss dadurch gelöst, dass das Wandmaterial

des Entladungsgefässes zumindest einen der Stoffe MgO und SiO in einer Gesamtmenge von mindestens 50 Gew.ppm. enthält, wobei der absolute Wert des Unterschieds in Gew.ppm. SiO₂ und Gew.ppm. MgO zumindest 50 und ein Überschuss MgO höchstens 1000 Gew. ppm. beträgt.

Es zeigt sich, dass bei der erfindungsgemässen Lampe ohne Aussendruck gesintertes Material der Wand des Entladungsgefässes völlig gasdicht ist und eine gute Lichtdurchlässigkeit besitzt. Die Lichtdurchlässigkeit des Werkstoffs der Entladungsgefässwand der Lampe nach der Erfindung ist nämlich dem als Werkstoff der Entladungsgefässwand allgemein bekannten und benutzten polykristallinen dichtgesinterten Aluminiumoxid vergleichbar oder sogar besser. Ausserdem zeigt es sich, dass das Material der Entladungsgefässwand Korrosionseinflüsse beispielsweise von Natriumdampf hervorragend aushält. Angenommen sei, dass das SiO₂ oder MgO beim Sintern des Werkstoffs das Kristallwachstum beeinflusst, wodurch das erfindungsgemässe Material eine gleichmässige Kristallgrösse besitzt. Bei einem Unterschied im absoluten Wert in Gew.ppm. SiO₂ und MgO kleiner als 50, ist in der Praxis die Möglichkeit sehr gross, dass die Kristallgrösse unregelmässig ist, wodurch die Lichtdurchlässigkeit nachteilig beeinflusst wird. Weiter ist es möglich, dass die Dichte eines derartigen Werkstoffs kleiner als die minimal erforderlichen 98% ist. Ein Überschuss von MgO von mehr als 1000 Gew.ppm. hat das Ergebnis, dass die Erscheinung des Auftretens einer 2.Phase auftreten kann, wodurch sowohl die Lichtdurchlässigkeit, die mechanische Festigkeit als auch die Beständigkeit gegen Korrosionseinflüsse nachteilig beeinflusst werden. Die Beständigkeit gegen Korrosionseinflüsse ist insbesondere wichtig, da bei in Massen hergestellten Hochdruckentladungslampen die ionisierbare Füllung Stoffe wie Natriumamalgam und/oder Metallhalogenide enthält.

Die russische Patentschrift 564 290 beschreibt die Herstellung von Yttriumaluminiumgranat mittels eines Sintervorgangs in Vakuum zum Erhalten von Laserwerkstoff. Dazu enthält das gesinterte Material zumindest 0,1 Gew.% Magnesium-

oxid. Eine derartige Magnesiumoxidmenge führt jedoch in der Praxis zum Auftreten von Ausscheidungen einer 2.Phase im gesinterten Endprodukt. Dies macht das gewonnene Material für Verwendung als Wandmaterial eines Entladungsgefässes
5 einer Hochdruckentladungslampe ungeeignet.

Vorzugsweise enthält die Keramik der Entladungsgefässwand in einer Ausführungsform der erfindungsgemässen Lampe 500 bis 1500 Gew.ppm. SiO_2 . In einer anderen Ausführungsform enthält das Material vorzugsweise 100 bis 500 Gew.
10 ppm. Manganoxid. Bei Gehalten an SiO_2 bzw. MgO zumindest von 500 Gew.ppm. bzw. 100 Gew.ppm. zeigt es sich nämlich, dass das Material in der Praxis Kristalle mit sehr gleichmässiger Kristallgrösse enthält, wodurch eine homogene Dichte und eine grosse Lichtdurchlässigkeit erhalten wird. Eine gleich-
15 mässige Kristallgrösse fördert weiter die mechanische Festigkeit des Materials. Die Gehalte an SiO_2 bzw. MgO werden vorzugsweise nicht grösser als 1500 Gew.ppm. bzw. 500 Gew.ppm. gewählt, weil über den genannten Werten die Erscheinung der Ausscheidung einer 2.Phase auftreten kann.
20 Die Möglichkeit der Ausscheidung einer 2.Phase steigt bei sich vergrösserndem Gewichtsgehalt der Zusätze an SiO_2 und/oder MgO stark an. Entladungsgefässe erfindungsgemässer Lampen mit einer Wand aus polykristallinem Yttriumaluminiumgranat können durch Sinterung von SiO_2 und/oder MgO ent-
25 haltenden Mischungen von Oxiden von Y und Al, von Mischoxiden dieser Metalle oder von Verbindungen erhalten werden, die bei Temperaturanstieg diese Oxide liefern. Weiter können diese Mischungen noch einen Fluss oder Schmelzsatz enthalten.

30 Ein Entladungsgefäss mit einer Wand aus lichtdurchlässiger Keramik in einer Lampe nach der Erfindung wird vorzugsweise mit einem Verfahren hergestellt, das sich dadurch kennzeichnet, dass eine Pulvermischung hauptsächlich aus $\text{Y}_2(\text{SO}_4)_3$ und $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ durch Sprühtrocknen einer wäss-
35 rigen Lösung der erwähnten Sulfate hergestellt wird, dass die Pulvermischung in einer oxydierenden Atmosphäre auf einer Temperatur von 1150 bis 1400°C erhitzt wird, wobei zum Sprühtrocknen oder nach dem Erhitzen der Pulvermischung

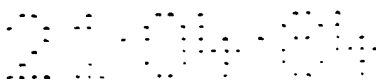
eine Si-Verbindung und/oder Mg-Verbindung zugefügt wird und dass das so gewonnene Granatpulver vorzugsweise nach Desagglomerierung anschliessend auf ein gewünschtes Formstück gebracht wird und das so erhaltene Formstück in
5 Vakuum bei einem Druck von höchstens 0,13 Pa oder in Wasserstoff auf einer Temperatur von zumindest 1700°C gesintert wird.

In Vakuum sei in dieser Beschreibung eine Atmosphäre verstanden, die zum grössten Teil aus Luft oder einem
10 Inertgas, wie z.B. Stickstoff oder einem oder mehreren Edelgasen mit einem Druck verstanden, der wesentlich niedriger als der atmosphärische Druck ist.

Beim erfindungsgemässen Verfahren wird das Si vorzugsweise der angesäuerten wässrigen Sulfatlösung als
15 Orthoäthylsilikat in einer Menge zugegeben, die zumindest 100 Gew.ppm. SiO_2 gleichwertig ist, das in bezug auf das zu bildende Yttriumaluminiumgranat berechnet ist. Eine derartige Menge ist zumindest erforderlich zum Erhalten des gewünschten Entladungsgefässwandmaterials, da es sich
20 herausgestellt hat, dass das SiO_2 während des Verfahrens zum Teil verdampfen kann. Das Mg wird beim erfindungsgemässen Verfahren vor oder nach dem Sprühtrocknen vorzugsweise als Magnesiumacetat in einer Menge zugegeben, die
zumindest 100 und höchstens 2000 Gew.ppm. MgO gleichwertig
25 ist, was in bezug auf das zu bildende Yttrium-Aluminiumgranat berechnet ist. Auf diese Weise wird erreicht, dass das Si bzw. das Mg homogen durch die Pulvermischung von $\text{Y}_2(\text{SO}_4)_3$ und $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ verteilt wird.

Vorzugsweise wird die so gebildete Pulvermischung
30 durch eine Erhitzung der Pulvermischung in Luft für 2 bis 10 Stunden in Granatpulver umgewandelt. Durch Erhitzung in Luft ist es nicht notwendig, Vorkehrungen zur Beeinflussung der Atmosphäre zu treffen, wodurch sich das Verfahren wesentlich vereinfacht. Trotz dieser Vereinfachung wird
35 Pulver erhalten, das nur aus der gewünschten Phase besteht, u.zwar Yttrium-Aluminiumgranat.

Das gewonnene Granatpulver kann anschliessend durch isostatisches Pressen in das gewünschte Formstück umge-



3415172

PHN 10 660

7.

5.4.1984

wandelt werden. Ein anderes Verfahren zum Umwandeln des Granatpulvers in das gewünschte Formstück ist das Strangpressen einer Mischung des Granatpulvers mit einem Bindemittel, wonach das Formstück auf einer Temperatur von 1000 bis 1400°C in Luft erhitzt wird. An sich ist isostatisches Pressen ein bekanntes Verfahren zur Bildung von Formstücken, die sich insbesondere für Formstücke mit verhältnismässig grossen Abmessungen eignen. Dagegen ist das Strangpressen insbesondere ein wirksames Verfahren zum Herstellen zylinderförmiger Formstücke in grossen Mengen.

Vorzugsweise erfolgt die Sinterung des Formstücks in Vakuum bei einem Druck von höchstens 0,13 Pa auf einer Temperatur von 1700 bis 1900°C für 2 bis 12 Stunden. So bildet sich ein Produkt mit grosser Dichte, guter Lichtdurchlässigkeit und gleichmässiger Kristallgrösse.

Vakuum mit einem Druck grösser als 0,13 Pa verursacht unregelmässige Kristallgrössenverteilung und eine niedrigere Dichte des Formstücks, wodurch die Lichtdurchlässigkeit und auch die mechanische Festigkeit nachteilig beeinflusst werden.

Versuche haben erwiesen, dass beim Sintern des Formstücks zum Erreichen einer minimal erforderlichen Dichte von 98% eine Temperatur von 1700°C benötigt wird, wobei es sich gleichzeitig herausgestellt hat, dass beim Aufrechterhalten von dieser Temperatur in 12 Stunden eine sehr regelmässige Kristallgrössenverteilung erreicht wird. Durch den Anstieg der Temperatur beim Sintern zeigt es sich, dass sich die Dauer zum Erreichen der gewünschten Dichte und Kristallgrössenverteilung verkürzt. So wurde versuchsweise festgestellt, dass bei einer Temperatur von 1900°C bereits nach 2 Stunden eine Dichte von 98% und eine sehr regelmässige Kristallgrössenverteilung erreicht ist. Es zeigt sich, dass ein weiterer Temperaturanstieg ein so schnelles Kristallwachstum verursacht, dass dies eine unregelmässige Kristallgrössenverteilung und damit eine verringerte Lichtdurchlässigkeit ergibt. Auch gibt es dann einen ersten Ansatz der Verdampfung des Yttriumaluminiumgranats.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung wird nachstehend an Hand der Zeichnung näher erläutert, wobei in

Fig. 1 eine erfindungsgemässe Lampe und in

Fig. 2 eine Abwandlung des Aufbaus eines Entladungs-
5 gefässes für Verwendung in der Lampe nach Fig. 1 dargestellt sind.

In Fig. 1 ist 1 ein Aussenkolben mit einem Sockel 2. Der Aussenkolben 1 umschliesst ein Entladungsgefäss 3. Das Gefäss 3 ist aus einem zylindrischen Teil 3a aufgebaut,
10 der an beiden Enden mit Hilfe von Schmelzglas 3c gasdicht verbundenen Abschliesskappen 3b bzw. 3d versehen ist. Der zylindrische Teil 3a hat eine Wand, die aus Yttrium-Aluminiumgranat hergestellt ist. Die Abschlusskappen 3b und 3d bestehen aus Niob und sind mit je einer mittels einer
15 Lötverbindung befestigten Elektrode 4, 5 aus Wolfram versehen. Die Elektrode 4 ist über einen Stromzuführungsleiter 6 mit einem Anschlusskontakt 2a des Sockels 2 elektrisch verbunden. Die Elektrode 5 ist über den Stromzuführungsleiter 7 elektrisch an den Anschlusskontakt 2b des Sockels 2
20 angeschlossen.

Die Füllung des Entladungsgefässes enthält 15 mg Amalgam mit 22 Gew.% Na und 78 Gew.% Hg. Daneben enthält die Füllung Xenon mit einem Druck von 10,5 kPa bei 300 K. Die Lampe wird mit einer Spannung von 220 V, 50 Hz über
25 ein Vorschaltgerät mit der Impedanz von 135 Ohm betrieben. Die von der Lampe aufgenommene Gesamtverlustleistung beträgt 77 W mit einer Lichtausbeute von etwa 70 Lumen/W. Dabei beträgt der Innendurchmesser des Entladungsgefässes 3,3 mm und der Elektrodenabstand 32 mm.

30 Der zylindrische Teil 3a der beschriebenen Lampe ist wie folgt ausgebildet. Eine Menge $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$ wurde in entionisiertem Wasser bis zum Erreichen eines Gehalts einer 28 mg Al/g Lösung gelöst. Anschliessend wurde dieser Lösung Y_2O_3 unter weiterer Verdünnung mit Wasser derart
35 zugegeben, dass sich ein stöchiometrisches Verhältnis von Al und Y ergab. Der pH-Wert der Lösung wurde dabei durch Zugabe von H_2SO_4 zwischen 2,5 und 3,0 gehalten.

Dieser Mischung wurde anschliessend Orthoäthylsilikat

in H_2SO_4 gelöst zugegeben, wobei die Si-Menge an Hand des zu bildenden Yttriumaluminiumgranats entsprechend 2000 Gew. ppm. SiO_2 bestimmt. Die so erhaltene Lösung wurde anschliessend sprühgetrocknet, wonach die erhaltene Pulvermischung in Luft auf einer Temperatur von etwa $1300^\circ C$ in 6 Stunden erhitzt wurde. Dies ergab ein Pulver, das aus einer einzigen Phase d.h. Yttriumaluminiumgranat mit einer spezifischen Oberfläche von $5\ m^2/g$ besteht. Entagglomeration des Pulvers wurde anschliessend etwa 8 Stunden durchgeführt.

Ein rohrförmiges Formstück wurde durch Strangpressen einer knetbaren Masse erhalten, die das auf oben beschriebene Weise erhaltene Granatpulver in einem Bindemittelsystem von Tylose, Butylstearat und Wasser enthält. Das Formstück wurde in Luft getrocknet und nach Mass gesägt. Das Ausheizen des Bindemittels folgte anschliessend durch Erhitzen des Formstücks 4 Stunden in Luft bei einer Temperatur von $1250^\circ C$. Nach dem Ausheizen wurde das Formstück in Vakuum von $1,3 \cdot 10^{-3}$ Pa gesintert. Die Temperatur wurde dabei in 7 Stunden auf $1400^\circ C$ gebracht, anschliessend 9 Stunden konstant gehalten, danach in 1,5 Stunden auf $1800^\circ C$ gebracht und 4 Stunden konstant gehalten, wonach mit einer Geschwindigkeit von $200^\circ C/Std.$ gekühlt wurde. Das so gebildete zylinderförmige Rohr bestand aus Kristallen mit einer mittleren Kristallgrösse von etwa $10\ \mu m$ und es enthielt etwa 1000 Gew.ppm. SiO_2 .

Ein anderes rohrförmiges Formstück gleicher Zusammensetzung wie das obige ist einem anderen Sinterverfahren unterworfen. Der Temperaturverlauf bestand in diesem Fall aus einem ununterbrochenen Temperaturanstieg in etwa 12 Stunden auf $1800^\circ C$, einem Konstanthalten der Temperatur auf $1800^\circ C$ in 5 Stunden und dem anschliessenden ununterbrochenen Abfall der Temperatur in 6,5 Stunden. Das so ausgebildete zylinderförmige Rohr enthielt ebenfalls etwa 1000 Gew.ppm. SiO_2 und bestand aus Kristallen mit einer Formgrösse von etwa $10\ \mu m$. Die optischen Eigenschaften der beiden Rohre waren dieselben.

Bei einer weiteren erfindungsgemässen Lampe war

sie mit einem Entladungsgefäss mit einer Aufbauabwandlung nach Fig. 2 versehen. Der zylindrische Teil 3a des Entladungsgefässes 3 war an seinen Enden mit Abschlusspfropfen 30 und 31 versehen, die mittels des Schmelzglas 3c am zylindrischen Teil 3a gasdicht befestigt waren. Durch jeden Abschlusspfropfen 30 und 31 ist ein stiftförmiger Niobdurchführungsleiter 40 und 50 hindurchgeführt und mit Schmelzglas 3c gasdicht damit verbunden. Mit den Durchführungsleitern 40 und 50 waren Wolframelektroden 4 und 5 verlötet.

Die Füllung des Entladungsgefässes enthielt 25 mg Amalgam mit 22 Gew.% Na und 78 Gew.% Hg. Daneben enthielt die Füllung Xenon mit einem Druck von 2,5kPa bei 300 K. Die Lampe wurde bei einer Spannung von 220 V, 50 Hz betrieben. Die dabei von der Lampe aufgenommene Leistung betrug 50 W und der spezifische Lichtstrom 80 Lumen/W. Der Innendurchmesser des Entladungsgefässes betrug 3,5 mm und der Elektrodenabstand 29 mm. Sowohl die Wand des zylindrischen Teils 3a als auch die Abschlusspfropfen 30 und 31 waren aus Yttriumaluminiumgranat gebildet, das MgO enthielt.

Die Herstellung der Formstücke mit MgO erfolgte zum grössten Teil auf analoge Weise, wie oben für SiO_2 beschrieben wurde. Das Mg wurde dabei in einem ersten Fall in Form von Mg-Acetat zugegeben und in der Sulfatlösung mit dem stöchiometrischen Verhältnis von Al und Y gelöst. Dabei wurde die Mg-Menge entsprechend 500 Gew.ppm. MgO in bezug auf das zu bildende Yttriumaluminiumgranat gewählt. Mit der so erhaltenen Mischung wurden anschliessend mit dem bereits beschriebenen Verfahren ein gesintertes Rohr und Abschlusspfropfen erhalten. Dabei sind die Formstücke beim Sintern 2 Stunden auf einer Temperatur von 1730°C gehalten. Der Anstieg der Temperatur erfolgte ununterbrochen in 4 Stunden. Beim Abfall der Temperatur wurde in 13 Minuten auf 100°C forciert gekühlt, wonach natürliche Kühlung folgte. Der Druck beim Sintern betrug $1,3 \cdot 10^{-3}$ Pa. Vom erhaltenen Rohr und den erhaltenen Abschlusspfropfen enthielt das Yttriumaluminiumgranat 250 Gew.ppm. MgO und betrug die

mittlere Grösse der Kristalle etwa 20 μm .

In einem zweiten Fall der Herstellung eines rohrförmigen Formstücks wurde das Mg nach dem Sprühtrocknen in Form von Mg-Acetat einer Brühe aus stöchiometrischem Yttriumaluminiumgranat in Äthanol ebenfalls in einer Menge entsprechend 500 Gew.ppm. MgO in bezug auf Yttriumaluminiumgranat zugegeben. Anschliessend wurde die entstandene Brühe getrocknet und auf 350°C erhitzt, wobei sich das Mg-Acetat zergliederte. Anschliessend wird das getrocknete Material auf die beschriebene Weise entagglomeriert und erfolgt auf analoge Weise die Verarbeitung zum gesinterten Formstück. Der Temperaturverlauf beim Sintern war dabei wie folgt: Das zu sinternde Formstück wurde in 6 Stunden auf eine Temperatur von 1700°C, anschliessend in 45 Minuten auf 1775°C gebracht und 4 Stunden auf einer konstanten Temperatur gehalten. Danach folgte Abkühlung mit einer Geschwindigkeit von etwa 250°C pro Stunden. Der Druck beim Sintern betrug $1,3 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$. Bei einem so ausgebildeten Rohr enthielt das Yttriumaluminiumgranat 250 Gew.ppm. MgO und betrug die mittlere Kristallgrösse etwa 5 μm . Die optischen Eigenschaften der MgO enthaltenden Rohre entsprachen denen der Rohre, die SiO_2 enthielten.

Zur Veranschaulichung der guten Lichtdurchlässigkeit des erfindungsgemässen Yttriumaluminiumgranats ist die relative "In-line"-Übertragung gemessen und mit der des polykristallin dichtgesinterten Aluminiumoxids verglichen. Der Absorptionskoeffizient α der Formel $I/I_0 = \exp(-\alpha d)$, worin:
I die Intensität des Strahlenbündels nach der Übertragung,
I₀ die Intensität des Strahlenbündels vor der Übertragung und
d die Dicke, über die die Übertragung erfolgt,
ist dabei für ein Strahlungsband mit einer Wellenlänge von 589 nm bei einem Öffnungswinkel von etwa 0,14 Rad.
bestimmt. Für Yttriumaluminiumgranat mit 1000 Gew.ppm. SiO_2 beträgt der Wert von α $1,6 \text{ mm}^{-1}$ und bei Yttriumaluminiumgranat mit 250 Gew.ppm. MgO $0,7 \text{ mm}^{-1}$. Für polykristallines dichtgesintertes Aluminiumoxid mit einer Qualität, die in

der Praxis häufig Verwendung findet, hat α einen Wert von $2,1 \text{ mm}^{-1}$. Die Lichtdurchlässigkeit des erfindungsgemässen Yttriumaluminiumgranats zeigt sich daher besser als die des damit verglichenen polykristallinen dichtgesinterten Aluminiumoxids.

10

15

20

25

30

35

13- 1/1

| | |
|-------------------------|------------------|
| Nummer: | 34 15 172 |
| Int. Cl. ³ : | H 01 J 61/30 |
| Anmeldetag: | 21. April 1984 |
| Offenlegungstag: | 31. Oktober 1984 |

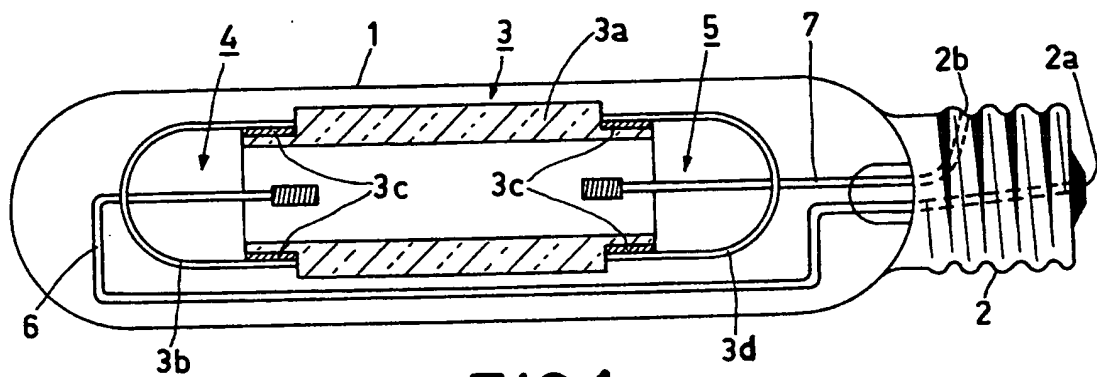


FIG.1

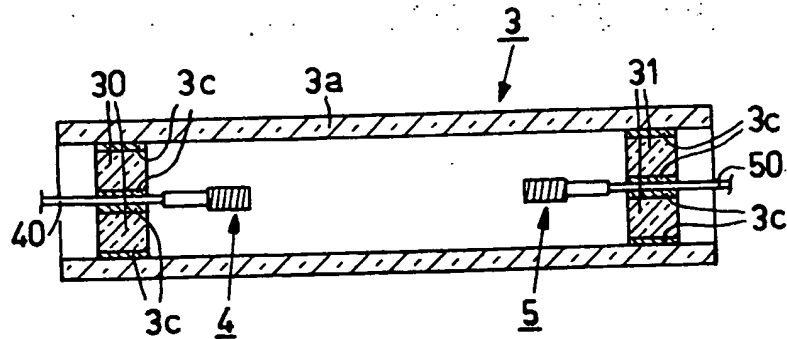


FIG.2